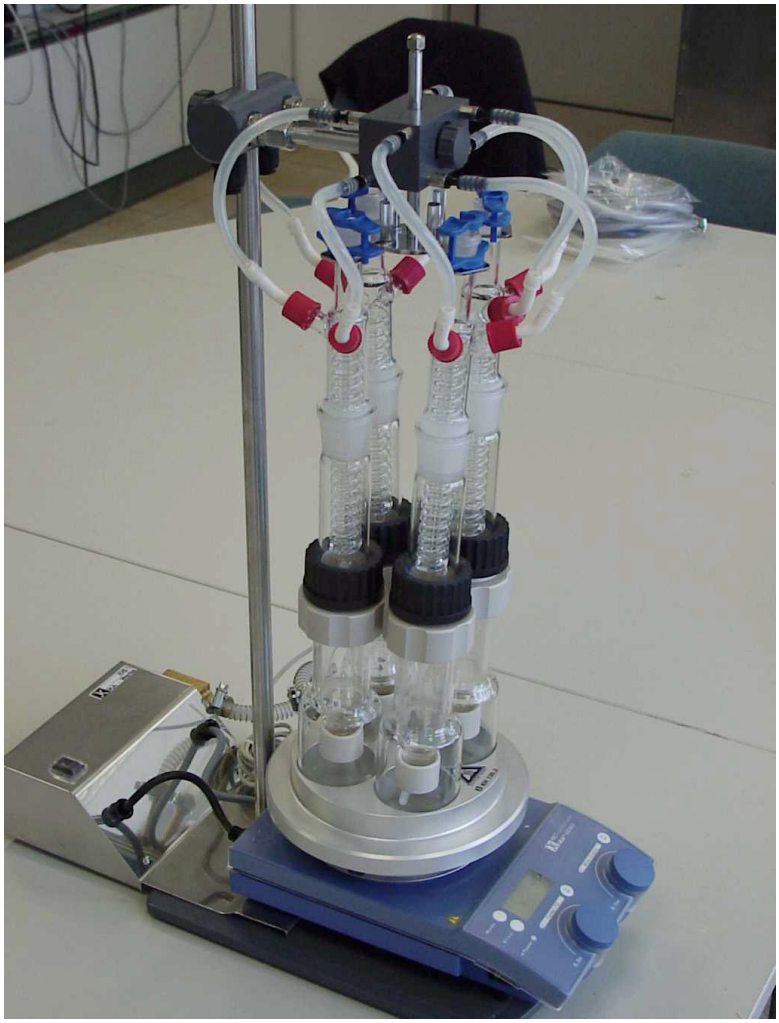
fexIKA® dive-in control



Betriebsanleitung D

CE-Konformitätserklärung

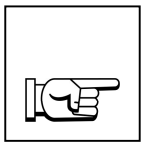
(vgl. fexIKA® vario control)

Garantie

Sie haben ein original IKA®-Laborgerät erworben, das in Technik und Qualität höchsten Ansprüchen gerecht wird.
Entsprechend den IKA®-Verkaufs- und Lieferbedingungen beträgt die Garantiezeit 24 Monate. Im Garantiefall wenden Sie sich bitte an Ihren Fachhändler. Sie können aber auch das Gerät unter Beifügung der Lieferrechnung und Nennung der Reklamationsgründe direkt an unser Werk senden. Frachtkosten gehen zu Ihren Lasten.

Zeichenerklärung

Mit diesem Symbol sind Informationen gekennzeichnet, die für die Sicherheit Ihrer Gesundheit von absoluter Bedeutung sind. Missachtung kann zu Gesundheitsbeeinträchtigungen und Verletzungen führen.



Mit diesem Symbol sind Informationen gekennzeichnet, die für die technisch einwandfreie Funktion des Gerätes von Bedeutung sind. Missachtung kann Beschädigungen an der Apparatur zur Folge haben.

Inhaltsverzeichnis

Garantie	2
Zeichenerklärung	2
Inhaltsverzeichnis	2
Sicherheitshinweise	2
Bestimmungsgemäßer Gebrauch	3
Wissenswertes	4
Auspacken und Lieferumfang	5
Beschreibung der Systemkomponenten	5
Aufstellen des Gerätes	6
Inbetriebnahme	9
Wartung und Reinigung	9
Störungsbeseitigung	11
Zubehör	10
Technische Daten	13
Ersatzteillisten und Ersatzteilbilder	13

Sicherheitshinweise

Beachten Sie die für die Tätigkeit und den Arbeitsplatz geltenden Unfallverhütungsvorschriften, tragen Sie entsprechende Schutzausrüstung!

Die Apparatur darf nicht in explosionsgefährdeten Räumen betrieben werden.
Die Apparatur darf nur in einem Laborabzug betrieben werden!

Die Apparatur darf nur unter Aufsicht betrieben werden!

Installieren Sie die fexIKA® dive-in control Apparatur entsprechend dieser Bedienungsanleitung und überprüfen Sie in regelmäßigen Abständen den einwandfreien Zustand der Schlauchverbindungen!

Für eine sichere Arbeitsweise sind bei Versuchen mit unbekanntem Ausgang Vorversuche zum Siedeverlauf durchzuführen!

Beobachten Sie die Siedeprozesse!
Unter Beachtung der gängigen Sicherheitsvorkehrungen bei Arbeiten mit Glasapparaturen, kann unter Schutzgasatmosphäre gearbeitet werden.

Stellen Sie sicher, daß die Kühlmediumtemperatur niedrig genug ist und der Durchfluss des Kühlmediums am Kühler groß genug ist, so dass alles verdampfte Lösungsmittel am Kühler kondensiert.

Dämpfe oder Gase, die aus den oben offenen Kühlern austreten können, sind in geeigneter Weise (z.B. Einleitung in eine Kühlfalle) aufzufangen und abzuleiten.

Die im Glassatz enthaltenen Schliffklemmen KC 14 dienen zur Fixierung der Glasaufbauten. Die oberen Normschliffverbindungen der Kühler dürfen nicht mit Kegel und Schliffklemme verschlossen werden (Gefahr von Druckaufbau)!

Die fexIKA® dive-in control Appparatur ist für Anwendungen bis 200°C Kühl-Heizblock-Temperatur unter atmosphärischem Druck ausgelegt. Höhere Kühl-Heizblock-Temperaturen dürfen wegen zu hoher thermischer Belastung der Dichtungen nicht eingestellt werden!

Durch den Siedeprozess verdampft Lösemittel im Basisgefäß. Achten Sie immer auf eine Mindestmenge Lösungsmittel in den Basisgefäßen!

Arbeiten Sie nie mit beschädigten Glasteilen!

Das fexIKA® dive-in control wird mit der Software labworldsoft® betrieben.
Beachten Sie die Hilfefunktionen!

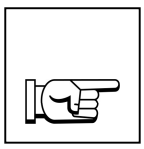
Sobald die fexIKA® dive-in control Apparatur und der PC verbunden sind (Kabel PC1.5), sind die Sicherheitsfunktionen der Anlage nur wirksam, wenn ausschließlich über labworldsoft® Sollwerteinstellungen vorgegeben werden.
Ausnahme: Die Einstellung der Sicherheitstemperatur muss unter Betriebsart A direkt am RET control-visc vorgenommen werden. Nach Beendigung des fexIKA® Prozesses durch labworldsoft® werden die in labworldsoft® gesetzten Parameter/Einstellungen beibehalten.

Im Störfall ist es möglich über den PC und Software den Prozess jederzeit mit der „STOP“ –Taste abzubrechen und zusätzlich mit der Taste „Kühlung ein“ die Kühlung zu aktivieren.

Für Einstellungen am RET control-visc Bedienfeld ist labworldsoft® zu beenden!

Beenden Sie immer zuerst labworldsoft® , bevor Sie den Computer ausschalten.
Benutzen Sie zur Temperaturmessung im Kühl-Heizblock stets den zum Lieferumfang gehörenden Temperaturfühler PT 100.52.

Bestimmungsgemäßer Gebrauch



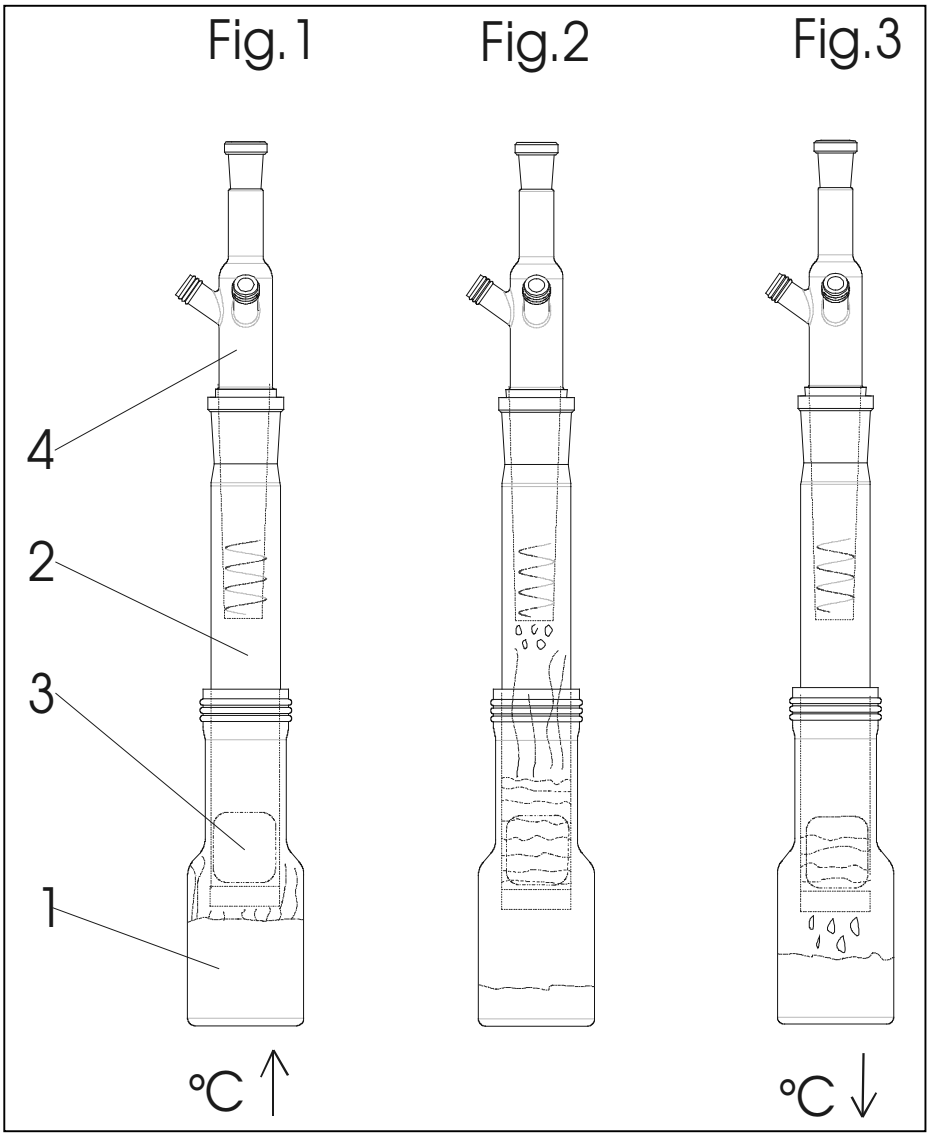
Das fexIKA® dive-in control wird zur Extraktion von Feststoffen (fest/flüssig) unter atmosphärischem Druck eingesetzt. FexIKA® dive-in control basiert auf dem Prinzip der Wirbelschicht Heißextraktion (fluidized bed extraction, FBE) und ist eine energetisch optimierte Variante des fexIKA® vario control Verfahrens.
Bei der Wirbelschicht Heißextraktion wird das Extraktionsgut im Bereich des Lösungsmittelsiedepunktes vom Lösungsmitteldampf durchdrungen, aufgewirbelt und vom Lösungsmittelkondensat extrahiert.
Das fexIKA® dive-in control Extraktionsverfahren wurde besonders für den Einsatz von Lösemitteln mit hohem Siedepunkt, für hohe Verdampfungsraten und den damit kürzeren Zykluszeiten entwickelt.

Bei diesem Verfahren kann das Proberohr mit dem Extraktionsgut in der Höhe variabel in das Basisgefäß eingebracht werden. Somit ergeben sich hohe Extraktionstemperaturen.
Die Zersetzungstemperatur des Extraktes ist bei der Auswahl des Verfahrens zu beachten. Ist mit einer Veränderung des Extraktes bei dieser Temperatur zu rechnen, so ist ein Lösungsmittel mit niedrigerer Siedetemperatur einzusetzten oder das Verfahren nach Soxhlet auszuwählen.
Dieses Verfahren kann ebenfalls mit der fexIKA® dive-in control Apparatur durchgeführt werden (siehe Zubehör : G351 Aufsatz nach Soxhlet).

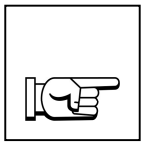
Als Lösungsmittelmenge werden ca. 80ml bis max. 100ml pro Basisgefäß empfohlen. Die Menge an Extraktionsgut ist so zu wählen, daß während der gesamten Extraktion die gesamte Probe im Extraktionsrohr mit Lösungsmittel überschichtet wird. Das Basisgefäß darf nicht trocken betrieben werden. Andernfalls ist mit einer unvollständigen Extraktion zu rechnen.
Nach Beenden der Extraktion kann die Abtrennung des Lösungsmittels vom Extrakt mit dem Abdestillieraufsatz G371 (Zubehör) erfolgen. Der Trockenlauf und eine temperaturbedingte Zersetzung des Extraktes wird damit ausgeschlossen.

Mit fexIKA® dive-in control können gleichzeitig bis zu vier Extraktionsstellen unter gleichen Betriebsbedingungen betrieben werden. Acht dieser fexIKA® dive-in control Einheiten sind mit einem PC gleichzeitig steuerbar. In diesem Verbund kann jede fexIKA® dive-in control Einheit individuell programmiert werden.
Die erarbeiteten Prozeßparameter für die durchzuführenden Extraktionen können auf einer Datenbank im Steuer-PC hinterlegt werden und stehen dadurch ständig zur Verfügung (siehe: Steuersoftware: labworldsoft®).

Wissenswertes



Das Grundprinzip der Heißextraktion mit dem fexIKA® dive-in control Verfahren ist aus der Prinzipskizze zu entnehmen.
Eine Einteilung in die drei abgebildeten Verfahrenschritte erlaubt eine übersichtliche Beschreibung des Verfahrens. Zwischen diesen Verfahrensschritten besteht jedoch ein zeitlich gleitender Übergang.



Notwendige Vorbereitungen:
Das zu verwendende Lösungsmittel (1) wird abgemessen, im Basisgefäß vorgelegt und ein Magnetrührstab hinzugefügt. Das Extraktionsrohr (2) wird mit der Bodenmutter und Filterelement verschlossen.
Die Probe (3) wird gewogen und in das vorbereitete Extraktionsrohr gefüllt, bzw. direkt im Extraktionsrohr abgewogen.

Das Extraktionsrohr kann im fexIKA® dive-in control Verfahren durch eine Klemmkupplung in der Höhe justiert werden. Es ist somit möglich das Extraktionsrohr mit der Probe in das Lösungsmittel einzutauchen. Eine vorab Benetzung der Probe kann so entfallen.
Die Eintauchtiefe ist entsprechend des Probevolumens und der Saugfähigkeit der Probe experimentell zu ermitteln.

Die verschraubte Einheit wird in den Kühl-Heizblock eingesetzt, der Schlangenkühler (4) auf das Extraktionsrohr aufgesetzt und das System gestartet.

Fig.1: Mit dem Start der Extraktion und schon bei leichter Erwärmung des Lösungsmittels entsteht eine leichte Druckerhöhung im Basisgefäß. Aufgrund dieser Druckerhöhung wird das Lösungmittel durch das Filter in den Proberaum gedrückt und die Probe im kalten Zustand „vorgeweicht". Das Entweichen von leicht flüchtigen Inhaltstoffen in der Probe ist somit minimiert.
Das Lösungsmittel wird bis zum Siedepunkt aufgeheizt und verdampft. Im gleichen Maß erwärmt sich die Probe im Extraktionsrohr. Die Temperaturbelastung der Probe ist durch die Eintauchtiefe in begrenztem Bereich einstellbar.

Fig.2: Am mit Wasser durchfluteten Schlangenkühler kondensiert das Lösungsmittel, das Kondensat tropft auf die Probe und sammelt sich im Extraktionsrohr. Nun tritt der „fluidized bed-Effect" ein.
Die Probe wird durch den heißen Lösungsmitteldampf aufgewirbelt. Dadurch findet eine intensive Durchmischung der Probe mit dem Kondensat statt. Ein effektiver Extraktionsverlauf ist damit während der gesamten Extraktionsperiode sichergestellt.
Während sich das Lösungsmittel im Extraktionsrohr ansammelt, nimmt es im Basisgefäß ständig ab. Um ein Austrocknen zu vermeiden, muß nach experimentell ermittelter Zeit (Vorgabe in den Prozeßparametern) das Lösungsmittel in das Basisgefäß zurückgeführt werden.

Fig.3: Ist die vorgegebene Heizzeit abgelaufen, erfolgt eine automatische Abschaltung der Heizung und das Kühlmittelventil wird geöffnet.
Der Kühl-Heizblock wird mit kaltem Wasser gespült und kühlt ab, die Siedetemperatur des Lösungsmittel wird unterschritten. Mit der weiteren Abkühlung entsteht im Basisgefäß ein Unterdruck. Dadurch wird das im Extraktionsrohr befindliche Lösungsmittel durch das Filter in das Basisgefäß zurückgesaugt.

Nach Ablauf der eingestellten Kühlzeit erfolgt der erneute Start der Heizperiode. Ein weiterer Zyklus beginnt mit Schritt 1.
Dieser zyklische Prozeß kann beliebig oft wiederholt werden und ermöglicht somit die Anpassung an die Aufgabenstellung.

Auspacken und Lieferumfang

Bitte packen Sie die einzelnen Komponenten sorgfältig aus und achten Sie auf eventuelle Beschädigungen. Es ist wichtig, dass eventuelle Transportschäden schon beim Auspacken erkannt werden. Gegebenenfalls ist eine sofortige Bestandsaufnahme der Schäden erforderlich (Post, Bahn oder Spedition).

Der Serienextraktor fexIKA® dive-in control besteht aus folgenden Komponenten:

- Magnetrührer RET control-visc inklusive Software labworldsoft® & Verbindungskabel PC 1.5 & Adapter PC 2.2 (inkl. Betriebsanleitung)
- Temperaturmessfühler PT 100.52

- Kühl - Heizblock KH 135.2
- Kühl - Heizsteuerung KHS 1 (inkl. Betriebsanleitung)
- Glassatz GF 300 (inkl. Betriebsanleitung fexIKA® dive-in control)
- Stativ R 1826
- Verteiler G700

Beschreibung der Systemkomponenten

Das Stativ R1826 dient der Positionierung der Kühl-Heizsteuerung KHS 1 und des Magnetrührers RET control-visc (siehe: Aufstellung und Inbetriebnahme).
Zur Kühlwasserzuleitung in die Schlangenkühler des Extraktionsaufbaues dient der mitgelieferte Verteiler G700. Über seine einstellbare Halterung und Schliffklemmen wird der Glasaufbau fixiert. Mit diesem Aufbau ist es z.B. möglich einzelne Basisgefäße mit verschraubtem Extraktionsrohr ohne Kühler aus der Anlage zu entnehmen, ohne die anderen Extraktionen zu unterbrechen.

Die Beschreibung des Magnetrührers RET control-visc sowie der Kühl-Heizsteuerung KHS1 finden Sie in den separat mitgelieferten Betriebsanleitungen.

Der Kühl-Heizblock KH135.2 dient der Temperierung der Basisgefäße und wird auf die Heizplatte des Magnetrührers gesetzt. Zur schnelleren Abkühlung der Basisgefäße wird über das Magnetventil der KHS1 entsprechend dem Extraktionszyklus Kühlwasser durch den Kühl-Heizblock geleitet.

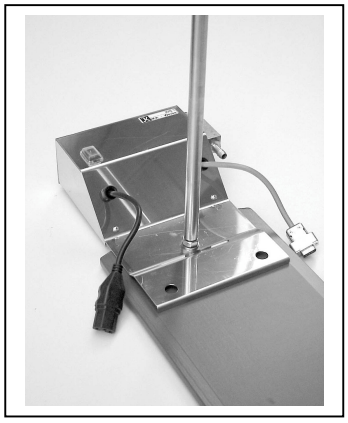
Der Glassatz GF 300 besteht aus jeweils 4 Basisgefäßen G30, vier Magnetrührstäbchen IKAFLON, vier Schraubkupplungen mit GL 45 Gewinde, je vier Silicon bzw. FEP O-Ringe, vier Schraublochkappen GL 45, vier dive-in Extraktionsrohren G361(Hülsenschliff DIN 12242 HNS 29/32), vier Bodenmuttern, vier Schlangenkühler (Kegelschliff DIN 12249-B 29/32), PTFE - Normschliffmanschetten sowie Anschlußleitungen zum Kühlwasseranschluß. Ebenfalls finden Sie im Glassatz 12 PTFE Filterscheiben (FF10) mit einer Porenweite von 10-20µm.
Die Schraubkupplungen wurden speziell für die hohen Anforderungen hinsichtlich der chemisch physikalischen Beständigkeit beim fexIKA® dive-in control entwickelt.
Mit ihnen wird die druck- bzw. vakuumdichte Verbindung zweier ineinander schiebbarer Glasgefäße ermöglicht. Ebenfalls wird durch die Schraubkupplung die Höhenfixierung des Extraktionsrohres realisiert.
Die Abdichtung des Extraktionsrohres erfolgt über einen chemisch hochbeständigen FEP-O-Ring, die Fixierung wird mit einem Silicon-O-Ring und der Schraublochkappe realisiert.
Die Farbe der O-Ringe kann variieren.
Die maximal zulässige Arbeitstemperatur im Kühl-Heizblock beträgt 200°C.

Aufstellen des Gerätes

Beachten Sie bitte die in den Technischen Daten angegebenen Umgebungsbedingungen!
Zum Betrieb der fexIKA® dive-in control Apparatur benötigen Sie:

- Kühlmittelanschluss für Kühl-Heizsteuerung KHS1 und Schlangenkühler
- Netzspannungsanschluss entsprechend der mitgelieferten Ware
- einen Laborabzug um entstehende Lösungsmitteldämpfe abzusaugen
- einen Windows kompatiblen PC (siehe: Technische Daten)

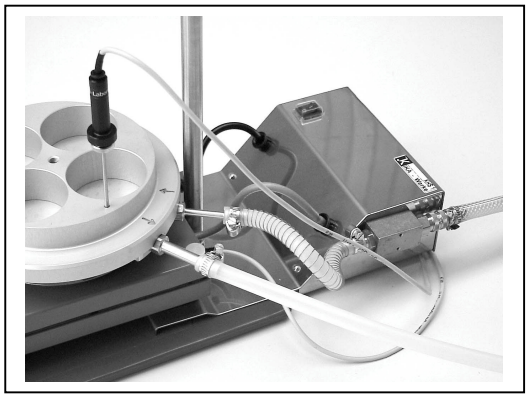
Die fexIKA® dive-in control Apparatur wird in Baugruppen ausgeliefert. Beachten Sie zur Inbetriebnahme zusätzlich die jeweiligen Einzelbetriebsanleitungen (RET control-visc , KHS1).



Zum Aufbauen des Gerätes verfahren sie wie folgt:

Setzen Sie die Kühl-Heiz-Steuerung KHS 1 auf das Plattenstativ und fixieren Sie die Einheit mit der Stativstange.

Stellen Sie den Magnetrührer mit den hinteren Stellfüssen in die Bohrungen der Kühl-Heizsteuerung. Verbinden Sie den Netzanschluß und Steuerleitung.

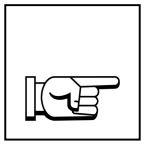


Setzen Sie nun den Kühl-Heizblock KH135.2 auf die Heizplatte des Magnetrührers und verbinden Sie das Magnetventil der Kühl-Heiz-Steuerung mit dem dünnen Eingangsstutzen des Kühl-Heizblockes (mit Pfeil nach innen gekennzeichnet).
Hierzu benötigen Sie den mitgelieferten ca.15 cm langen Silikonschlauch (8 mm Innendurchmesser). Sichern Sie das montierte Ende mit einer Schlauchschelle und schieben Sie die mitgelieferte Spiralfeder über dieses Schlauchstück! Sie verhindert das Ausdehnen des Schlauches bei starker Dampfentwicklung. Die Feder darf nicht gekürzt werden, bei der Montage muß sie etwas gestaucht werden! Sichern Sie auch das zweite Ende des Schlauches mit einer Schlauchschelle!
Mit dem ca. 1m langen Siliconschlauch muss der Auslass des Kühl-Heizblocks (mit Pfeil nach aussen gekennzeichnet) mit dem Wasserablauf (Laborwaschbecken) verbunden werden.
Sichern Sie diese Schlauchschelle ebenfalls mit einer Schlauchschelle.

Verbinden Sie den Temperaturfühler PT 100.52 mit der Buchse am Magnetrührer und stecken Sie ihn in die Aufnahmebohrung des Kühl-Heizblocks.

Montieren Sie den mit einer Schnellkupplung versehenen Gewebeschlauch an das Ventil der Kühl-Heizsteuerung und das Schlauchende an eine Olive am Wasserhahn.
Sichern Sie die Verbindung mit einer Schlauchschelle.
Öffnen Sie den Wasserhahn. Drehen Sie den Wasserhahn nicht vollständig auf, ein Durchfluss von **ca. 0,5 l/min** ist ausreichend.

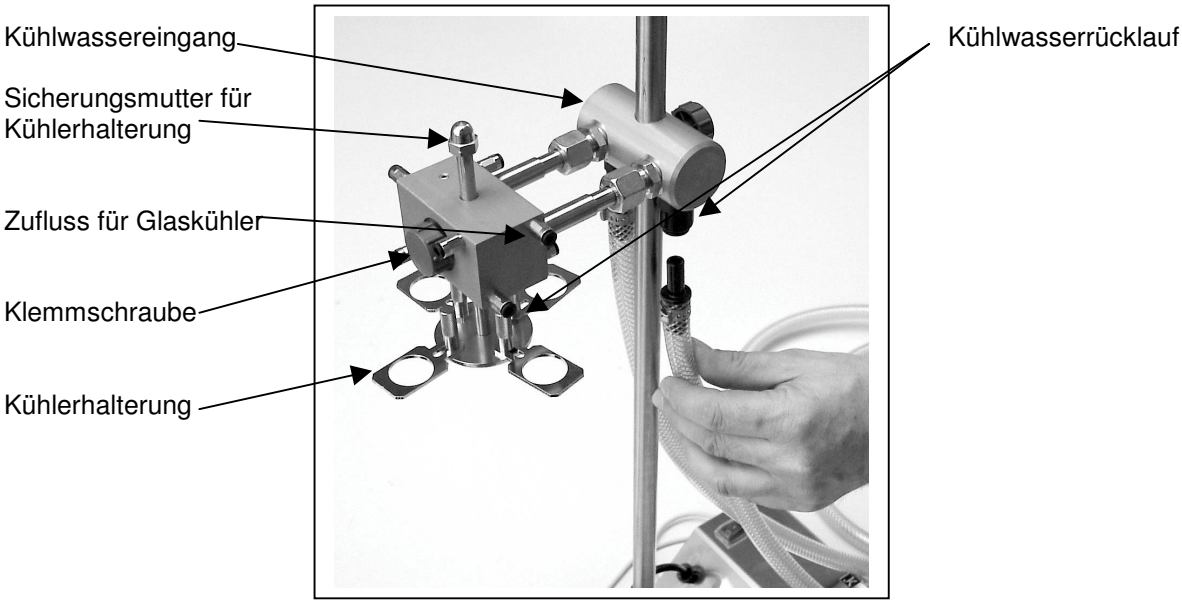
Montage und Anschluss des Verteilers G700



Setzen Sie den Verteiler G 700 auf die Stativstange. Arretieren Sie den Verteiler durch Festziehen der hinteren Klemmschraube am oberen Stativende. Die exakte Einstellhöhe wird nach dem Aufbau des Glassatzes ermittelt.

Montieren Sie die Kühlerhalterung und fixieren Sie diese mit der vorderen Klemmschraube.
Achten Sie auf den korrekten Sitz der Sicherungsmutter! Sie verhindert das Herausfallen der Halterung (mit montierten Glaskühlern) bei unabsichtlichem Lösen der Klemmschraube!

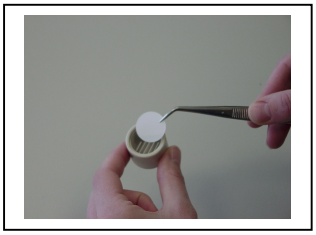
Schließen Sie nun die vormontierten Gewebeschläuche an. Wird der linke Anschluss als Kühlwassereingang und der rechte als Kühlwasserrücklauf angeschlossen, so bilden die oberen Schlauchanschlüsse den Zufluß für die Glaskühler, die unteren Anschlüsse entsprechend den Rücklauf. Die Verbindungen sind dicht, wenn Sie beim Stecken einen deutlichen Widerstand überwinden und sich durch Gegenziehen nicht lösen lassen.



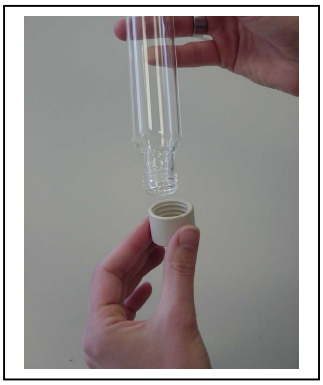
Der Kühlwassereingang wird mit dem Wasserhahn oder der Kühlstation verbunden, der Rücklauf führt zum Waschbecken (bzw. Kühlstation Rücklauf).

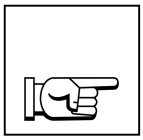
Mit den im Lieferumfang enthaltenen kleinen Blindstopfen können Sie die Verteileranschlüsse verschließen, wenn Sie z.B. mit nur drei Extraktionseinheiten arbeiten wollen.
Die großen Blindstopfen sind zum Verschließen der hinteren Wasseranschlüsse, z.B. beim Transport.

Aufbau der Glasapparatur



Legen Sie eine Filterscheibe in die Bodenmutter und verschrauben Sie diese mit dem Aufsatzrohr.
Wiegen Sie Ihre Probe und geben Sie sie in das unten verschlossene Aufsatzrohr. Alternativ können Sie die Probe direkt in das Aufsatzrohr einwiegen.



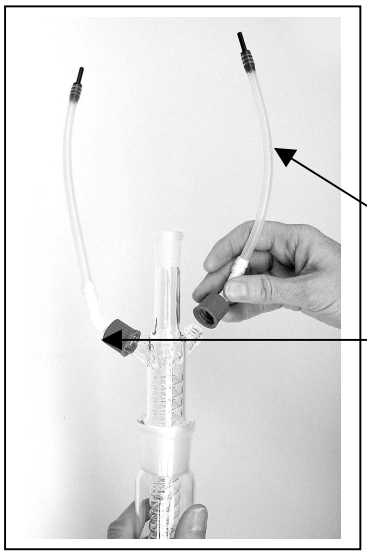


Das Verschmutzen des Schliffes durch Probenmaterial ist zu vermeiden, bzw. es muß nachträglich eine gründliche Reinigung des Schliffes erfolgen.

Schieben Sie nun zuerst die Schraublochkappe und anschließend den weichen Silicon O-Ring von unten bis auf die Höhe des oberen Drittels des Extraktionsrohres.

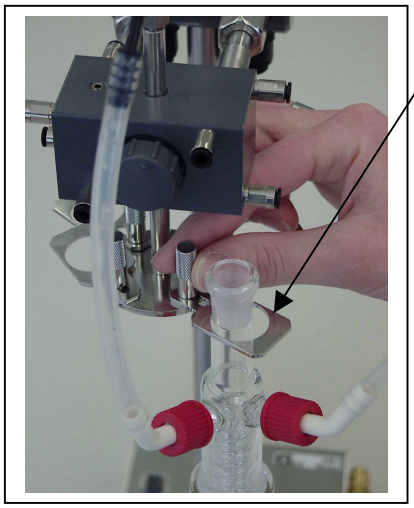
Füllen Sie die von Ihnen bestimmte Menge Lösungsmittel in das Basisgefäß und geben Sie ein Magnetstäbchen hinzu. Legen Sie den FEP ummantelten O-Ring (hart) auf den oberen Rand des Basisgefäßes und schrauben Sie die Kupplung bis auf Anschlag. Drehen Sie nun die Kupplung etwa eine Umdrehung zurück und führen Sie das mit Probe vorbereitete Extraktionsrohr in das Basisgefäß ein. Der FEP O-Ring zentriert sich am Extraktionsrohr.

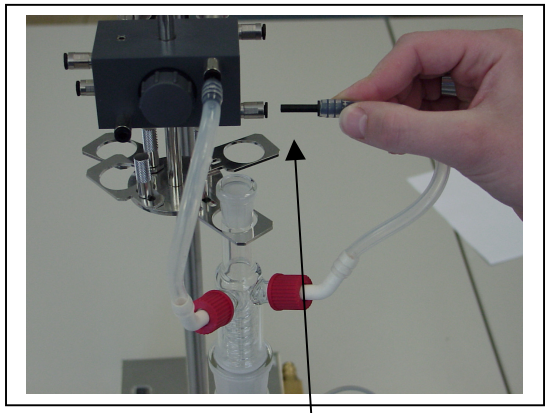
Halten Sie das Extraktionsrohr in der von Ihnen gewünschten Höhe und fixieren Sie es zuerst durch Anziehen der Kupplung. Der untere FEP O-Ring dient in erster Linie der einwandfreien Abdichtung des Systems zur Umwelt. Schieben Sie nun den Silicon O-Ring auf den oberen Rand der Kupplung und führen die Schraublochkappe nach. Durch das Anziehen der Schraublochkappe wird der Silicon O-Ring geklemmt und verhindert dadurch ein Nachrutschen des Extraktionsrohres im Abkühlungszyklus durch den entstehenden Unterdruck im Basisgefäß.

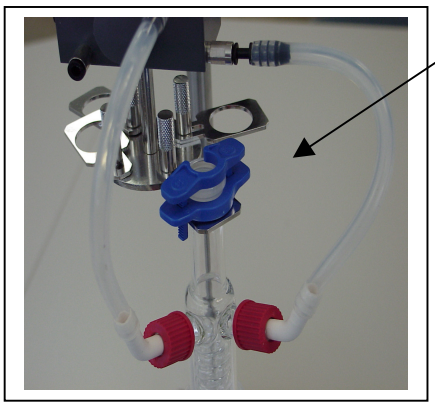


Setzen Sie eine Normschliffmanschette auf den Schliff des Schlangenkühlers und fügen Sie ihn mit dem Extraktionsrohr zusammen.
Verschrauben Sie die Kühlwasseranschlussleitungen an die GL 14 Stutzen der Kühler. Achten Sie darauf, daß die Winkelanschlüsse nach oben zeigen.

Der Glasaufbau wird in den Kühl-Heizblock eingesetzt und mit den einstellbaren Sicherungslaschen der Kühlerhalterung ausgerichtet und gesichert. Verbinden sie die Kühlanschlussleitungen über die Ecke mit dem Verteilerstutzen.(Zufluss = oben; Rücklauf = unten; siehe Montage und Anschluss des Verteilers G700) Diese Verbindungen können durch Zurückschieben des kleinen Ringes an den Anschlusstutzen und gleichzeitiges Ziehen an der Schlauchleitung wieder gelöst werden.







Stellen Sie durch Verschieben des Verteilers auf dem Stativ die exakte Verteilerhöhe entsprechend der Höhe der Schliffverbindungen der Kühler ein.
Die Glasaufbauten werden mit den Schliffklemmen KC 14 fest fixiert, indem Sie die Schliffklemmen auf die Sicherungslasche klemmen. So hängen alle Kühler an der Verteilerplatte und Sie können einzelne Extraktionseinheiten aus dem Verbund herausnehmen ohne die Kühler zu demontieren.

Sollte ein Kühler aus der Anlage entnommen werden, so können Sie die entsprechenden Anschlüsse mit den Blindstopfen verschließen und die Apparatur weiter betreiben.

Öffnen Sie den Wasserhahn (bzw. Kühlstation einschalten). Drehen Sie auch hier den Wasserhahn nicht ganz auf. Ein Durchfluss von 0,5l/min ist ausreichend.
Achten Sie auf eine senkrechte Anordnung der Glasaufbauten!
Für einen guten Wärmeübergang müssen die Basisgefäße senkrecht auf der Heizplatte bzw. in den Aufnahmen des Kühl-Heizblockes stehen!

Inbetriebnahme

Originaltext aus BA fexIKA® vario control : Text „fexIKA® vario control“ ersetzen durch : „fexIKA® dive-in control“.

Wartung und Reinigung

Die Glasapparaturen können in Einzelteile zerlegt und gewaschen (ausgekocht) werden.

Der produktberührende FEP O-Ring zeigt gegenüber den Substanzgruppen Aldehyde, Alkohole, Ester, Ketone, Kohlenwasserstoffe sowie Säuren und Laugen eine gute chemische Beständigkeit.

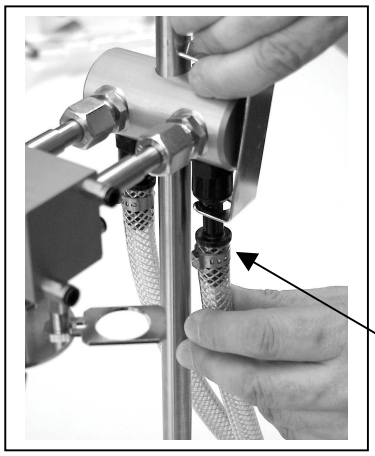
Die Kupplung ist aus einem hochwertigen PTFE Compound Werkstoff gefertigt. Die chemische Beständigkeit ist mit der Beständigkeit von Fluor-Kohlenstoff Polymeren vergleichbar. Die Kupplung zeichnet sich durch eine hohe mechanische Belastbarkeit, auch bei höheren Temperaturen aus.

Reinigen Sie die Kupplung sowie alle produktberührenden Teile nach jeder Extraktion!

Die Schraublochkappe zum Fixieren des Extraktionsrohres mit Hilfe des Silicon O-Ringes besteht aus PPS.
PPS zeigt keine Beständigkeit z.B. gegenüber Aceton, Benzol, Chloroform, Toluol, Trichlorethylen und Methylchlorid. Die Schraublochkappe darf nicht produktberührend eingesetzt werden!
Achten Sie beim Umgang mit Lösungsmitteln auf Sauberkeit!
Die Beständigkeitsangaben erheben keinen Anspruch auf Vollständigkeit. Ziehen Sie im Zweifelsfall eine Beständigkeitsliste zu Rate.

Um einen guten Wärmeübergang zwischen dem Kühl-Heizblock und den Basisgefäßen zu gewährleisten, muss auf Sauberkeit der Teile geachtet werden!

Zur Wartung und Reinigung des Magnetrührers RET control-visc und der Kühl-Heizsteuerung KHS 1 lesen Sie bitte die beiliegenden Betriebsanleitungen!



Bei hoher thermischer Belastung z.B. bei Heizplattentemperaturen größer 200°C, unterliegen die Dichtringe im Kühl-Heizblock (siehe: Ersatzteilbild KH 135.2) einem erhöhten Verschleiß. Achten Sie auf die Temperatur des Kühl-Heizblockes!

Zur Demontage des Verteilers können Sie mit dem beiliegenden Griff die Schlauchverbindungen wieder lösen. Ziehen Sie mit dem Griff die Stecksicherung am Kupplungsstück nach oben und das Schlauchende mit Nippel entsprechend nach unten.
Zum Transport können Sie die Steckkupplungen mit den mitgelieferten Blindstecknippel verschließen.

Lösen der Steckkupplung

Sämtliche Teile, besonders Glasteile, Dichtungen und Schläuche der fexIKA® dive-in control Anlage sind in regelmäßigen Abständen auf Funktionalität zu überprüfen und gegebenenfalls zu ersetzen!

Störungsbeseitigung

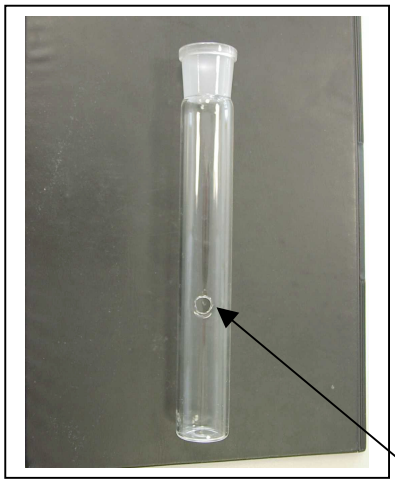
Fehler	Ursache	Abhilfe
Kupplung undicht	• Verschraubung lose • O-Ring verschmutzt • O-Ring bleibend verformt	• anziehen • O-Ring reinigen • O-Ring austauschen
Extraktionsrohr rutscht nach unten	• Schraublochkappe lose • Silicon O-Ring deformiert • Extraktionsrohr fettig	• anziehen • austauschen • entfetten
Kühl-Heizblock undicht	• O-Ring defekt	• O-Ring austauschen
Lösemittel siedet nicht bei eingestellter Solltemperatur	• Basisgefäß bzw. Glasaufbau steht nicht plan auf der Heizfläche • Grundfläche des Basisgefäßes oder Magnetrührerheizplatte verschmutzt. • Solltemperatur falsch eingestellt	• Glasaufbau neu ausrichten und fixieren • Reinigen • Blocktemperatur dem Lösungsmittel anpassen

Zubehör

G371 Abdestillieraufsatz

Aufbau:
Hat die Heißextraktion die erforderlichen Zyklen durchlaufen, kann mit dem G371 Abdestillieraufsatz (Borosilikatglas 3.3 / Hülsenschliff NS 29/32) das Lösungsmittel unmittelbar aus dem Basisgefäß abdestilliert werden.
Der Aufbau und damit der Glassatz entsprechend der Aufgabenstellung „Extraktion“ bleiben erhalten. Lediglich das Extraktionsrohr G361 mit Filter und Bodenmutter wird gegen den G371 Abdestillieraufsatz ausgetauscht. Es wird kein Filter benötigt.

Der G371 Abdestillieraufsatz muß über die seitliche Dampfeintrittsöffnung in das Basisgefäß eingeführt werden, da ansonsten die Gefahr von unzulässigem Druckaufbau im Basisgefäß besteht!



Verfahren:
Der Boden des fexIKA® dive-in control Abdestillier-Aufsatzes ist verschlossen. Durch die, an der seitlichen Zylinderwand befindliche Dampfeintrittsöffnung gelangen die aufsteigenden Lösungsmitteldämpfe zum Kühler. An diesem kondensiert der Dampf und reichert sich als Flüssigkeit am Fuße des Abdestillieraufsatzes an.
Ist die Höhe der Dampfeintrittsöffnung erreicht fließt das Kondensat in das Basisgefäß zurück. Es kann keine weitere Kondensatmenge gespeichert werden.
Die zu speichernde Menge beträgt ca. 50 ml.
Da durch die Glasbearbeitung Volumendifferenzen nicht zu vermeiden sind, sollte für jedes Abdestillationsrohr eine Bestimmung des Überlaufvolumens durch Ausliterung erfolgen (Füllen von Wasser bis zum Überlauf).

Vor dem Abdestillationsprozess kann durch Vorlegen einer bestimmten Menge von Lösungsmittel im Abdestillationsrohr die abzudestillierende Menge aus dem Basisgefäß festgelegt werden. Dadurch wird das Trockenlaufen des Basisgefäßes vermieden.

Beispiel:
Die Ausliterung des Abdestillieraufsatzes ergab ein Überlaufvolumen von VÜ=45ml, das vorgelegte Lösungsmittelvolumen im Basisgefäß betrug VL=55ml. Nach der Abdestillation sollte im Basisgefäß ein Restvolumen von VR=15ml vorhanden sein. Wieviel Lösungsmittel muß somit im Abdestillieraufsatz vorgelegt werden?

Auffüllvolumen VA = VR + VÜ – VL

Es ergibt sich ein Auffüllvolumen von 5ml, das im Abdestillieraufsatz vorgelegt wird.

Starten Sie die Heizung. Mit dem Sieden des Lösungsmittel beginnt die Abdestillation. Wenn das Kondensat den Überlauf erreicht hat, ist dieser Prozeß beendet, da weiteres Kondensat in das Basisgefäß zurückfließt.
Dichtigkeit und verlustfreie Rückkondensation des Lösungsmittel sind Voraussetzung. Die Heizung kann nun abgeschaltet werden. Das Extrakt mit geringer Menge an Lösungsmittel liegt nun im Basisgefäß vor.

G351 Aufsatz nach Soxhlet

Aufbau:
Ist es erforderlich die Extraktion DIN gerecht, entsprechend dem Soxhletverfahren durchzuführen, so ist der speziell für fexIKA® dive-in control entwickelte G351 Soxhletaufsatz (Borosilikatglas 3.3 / Hülsenschliff NS29/32) einzusetzen.
Zur Verbesserung der Handhabung und Bruchsicherheit, sowie zum geeigneten Einsatz im dive-in Verfahren, wurde gegenüber den gebräuchlichen Soxhletaufsätzen, das Kondensatrohr in das Innere des Extraktionsrohres gelegt. Das Dampfrohr wurde durch eine Dampfeintrittsöffnung ersetzt.
Vor der Inbetriebnahme müssen Sie das eingesetzte G351 Extraktionsrohr auslitern, um zu ermitteln, wie groß die Vorlagenmenge an Lösungsmittel für ein sicheres Abhebern sein muss. Der durch das Probevolumen der verdrängte Anteil vom Gesamtvolumen muss dabei nicht berücksichtigt werden.

Verfahren:
Setzen Sie in das Soxhlet Extraktionsrohr eine Extraktionshülse FE 2 (Zubehör), in der sich das zu extrahierende Produkt befindet.
Führen Sie, in das mit Lösungsmittel befüllte G30 Basisgefäß, das G351 Soxhlet-Extraktionsrohr bis über die Dampfeintrittsöffnung ein und fixieren Sie es mit der Kupplung und Schraublochkappe.
Starten Sie die Heizung.
Die Lösungsmitteldämpfe steigen durch die Querbohrung auf, werden am Schlangenkühler kondensiert, tropfen in die mit Probe gefüllte Extraktionshülse und verlassen diese am Boden.
Das Kondensat steigt bis zur Krümmung des Flüssigkeitshebers an und wird danach in das Basisgefäß zurückgesaugt.
Der nächste Zyklus beginnt. Der Prozesschritt „Kühlen“ wird bei diesem Extraktionsverfahren nicht benötigt. Die Anzahl an Zyklen wird durch die Gesamtzeit bestimmt. Nach Beendigung der Extraktion kann, mit dem Aufsatz zur Abdestillation G371, das Lösungsmittel abdestilliert werden.
Reinigen Sie den Aufsatz durch Aufkochen in Lösungsmittel.

Bei zu hoch eingestellter Siedetemperatur kann das Lösungsmittel aufschäumen!

G381 Hülsenextraktionsaufsatz

Aufbau:
Das G381 Extraktionsrohr wird im Glassatz gegen das Standardextraktionsrohr ausgetauscht. Zur Probenaufnahme werden FE2 Extraktionshülsen benötigt.

Verfahren:
Mit dem G381 Hülsenextraktionsaufsatz (Borosilikatglas 3.3 / Hülsenschliff NS29/32) kann die Probe direkt im Lösungsmittel gekocht werden. Wiegen Sie hierzu Ihre Probe in eine FE2 Extraktionshülse und geben Sie diese in das Extraktionsrohr.
Führen Sie nun den G381 Hülsenextraktionsaufsatz bis in das im Basisgefäß befindliche Lösungsmittel. Durch die Bohrungen am Boden des Extraktionsrohres steigt das Lösungsmittel in das Extraktionsrohr und benetzt die Probe.
Schalten Sie die Heizung ein.
Die Probe wird unter ständigem Nachlauf von frischem Lösungsmittel gekocht.
Nach dem Ablauf der Extraktionszeit können Sie die Extraktionshülse auswaschen. Öffnen Sie hierzu die Verbindungen der Schraublochkappe und der Kupplung und ziehen Sie das Extraktionsrohr nach oben. Die im Extraktionsrohr befindliche Querbohrung darf dabei nicht aus dem Basisgefäß ragen!
Fixieren Sie das Extraktionsrohr erneut!
Über die Dampfeintrittsbohrung steigen die Lösungsmitteldämpfe an den Kühler und kondensieren.
Das Kondensat tropft auf die Extraktionshülse, wäscht diese frei, und läuft über die im Boden befindlichen Bohrungen zurück in das Basisgefäß.
Schalten Sie die Heizung nach Ablauf der zuvor experimentell ermittelten Zeit ab!
Nach Beendigung der Extraktion kann, mit dem Aufsatz zur Abdestillation G371, das Lösungsmittel abdestilliert werden.

G118 Glasisolierung

Erfolgt die Extraktion unter ungünstigen Umgebungsbedingungen, z.B. Zugluft am Aufstellungsort oder bei eingeschalteter Entlüftung im Abzug, so erfordert die Extraktionsdurchführung sehr hohe Heizplattentemperaturen, um den notwendigen Extraktionsdurchsatz zu erhalten.
Mit der auf den Kühl-Heizblock aufgesetzten Glasisolierung G118, wird die Wärmeisolation der Basisgefäße verbessert. Dadurch ist eine Erhöhung der Heizplattentemperatur nicht notwendig! Die thermische Belastung der KH 135.2 Dichtringe sinkt, und die an die Umgebung abgestrahlte Wärme vermindert sich erheblich.

Filterset FF10; FF20; FF40 und Extraktionshülsen FE2

Filterset	**FF10**	**FF20**	**FF40**
Material	PTFE	PTFE	PTFE
Durchmesser [mm]	23	23	23
Porenweite [µm]	10-20	30-60	2-5
Porenvolumen [%]	65	75	60
Dicke [mm]	0,2	0,2	0,18

Die PTFE-Filter sind chemisch beständig, antiadhäsiv, sterilisierbar, hydrophob, reißstabil und wiederverwendbar.
Durch den Einspanndruck verfestigt sich der Filterrand und wird zur Dichtung.
Verpackungseinheit jeweils 100 Stück.

Die **Extraktionshülsen FE2** sind als Zubehör für die Extraktion nach Soxhlet mit dem Aufsatz G351 sowie für das Hülsenextraktionsverfahren mit dem Aufsatz G381 einsetzbar.
Material: Cellulose
Größe [mm] (dxL): 19x90
Verpackungseinheit jeweils 25 Stück

Technische Daten

IKAMAG RET control-visc
Kühl-Heizsteuerung KHS1
labworldsoft® und PC
Peripherie
Gesamtanlage
..... (siehe BA fexIKA® vario control)

Kühl-Heizblock KH135.2 und Glassatz GF300

Anzahl der Extraktionsstellen	4
Basisgefäßinhalt	150ml
Max. Lösungsmittelvolumen	100ml
Extraktionsrohrvolumen	100ml
Filterporengröße FF10	10-20µm

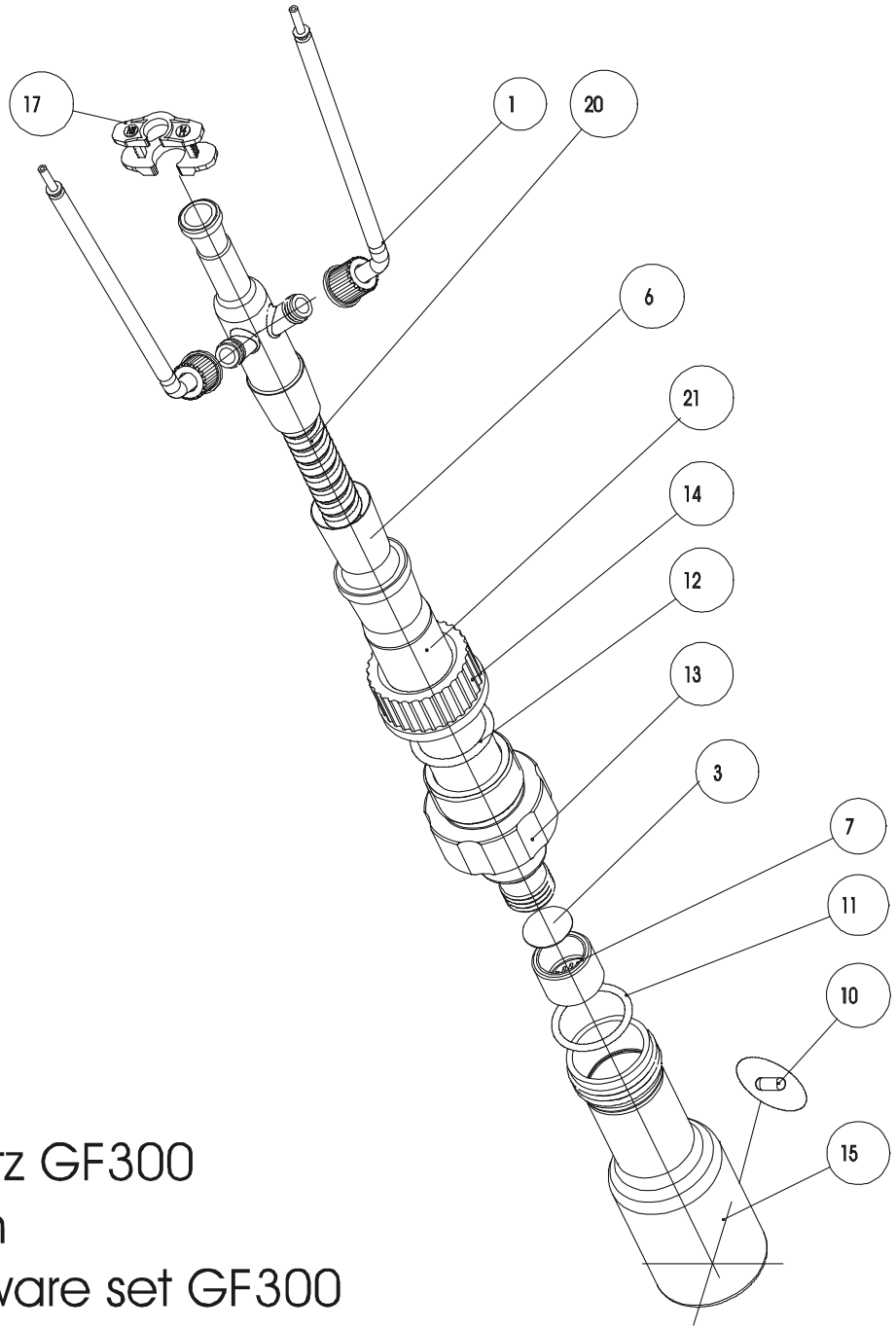
Verbrauchsmaterial	Filterscheiben FF10; FF20; FF40 Extraktionshülse FE2

Ersatzteilliste und Ersatzteilbild

Kühl-Heizblock KH 135.2	(aus BA fexIKA® vario control einfügen)
Verteiler G700	(aus BA fexIKA® vario control einfügen)

Glassatz GF300

Pos.	Benennung
1	Kühlleitung
3	Filter FF10; Zubehör:FF20; FF30
6	Normschliffmanschette NS32/29
7	Bodenmutter
10	IKAFLON Rührstab
11	O-Ring (FEP)
12	O-Ring (Silicon)
13	Kupplung
14	Schraublochkappe
15	G30 Basisgefäß
17	Schliffklemme
20	Kühler NS 29/32
21	G361 Aufsatzrohr



Glasatz GF300
dive-in
Glassware set GF300
dive-in
Verriere GF300
dive-in